

CH 584 747



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤ Int. Cl.²: C 09 B 67/00
C 09 K 11/06



①⑨

CH PATENTSCHRIFT A 5

①①

584 747

c

- ②① . Gesuchsnummer: 15455/73
⑥① Zusatz zu:
⑥② Teilgesuch von:
②② Anmeldungsdatum: 2.11.1973, 17 $\frac{1}{4}$ h
③③ ③② ③① Priorität:

Patent erteilt: 31.12.1976

- ④⑤ Patentschrift veröffentlicht: 15.2.1977

- ⑤④ Titel: **Verfahren zur Herstellung von Farbstoff- und optischen Aufheller-Granulaten**

- ⑦③ Inhaber: CIBA-GEIGY AG, Basel

- ⑦④ Vertreter:

- ⑦② Erfinder: Ulrich Irmiger, Mettau

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Farbstoff- und optischen Aufheller-Granulaten, insbesondere solchen von wasserlöslichen Farbstoffen bzw. optischen Aufhellern, sowie die mittels diesem Verfahren hergestellten Granulate.

Bisher werden als Handelsformen von Farbstoffen normal getrocknete und fein gemahlene Pulver oder zerstäubungsgetrocknete Mikrogranulate in den Handel gebracht. Beide Arten haben jedoch den Nachteil, dass sie mehr oder weniger stark stäuben. In neuerer Zeit hat man auch versucht, die Farbstoffe z. B. durch Kompaktierung oder Extrudierung in Granulate von 1 mm Korngrösse oder mehr überzuführen. Solche Granulate können bei geeigneter Zusammensetzung eine derartige Festigkeit aufweisen, dass sie keinen Staub bilden, auch bei langem und intensivem Rütteln. Aus der DOS 1 619 375 ist schliesslich bekannt, Granulate von basischen Farbstoffen herzustellen, indem diese Farbstoffe in einer Harnstoffschmelze gelöst und diese Schmelze z. B. zersprüht wird.

Es wurde nun ein Verfahren gefunden, welches ermöglicht, Granulate mit einer Grösse von mindestens 1 mm herzustellen, die nicht nur nicht stäuben, sondern deren Löslichkeitsverhalten demjenigen der bis jetzt bekannten Granulate bzw. entsprechenden Pulverformen überlegen ist.

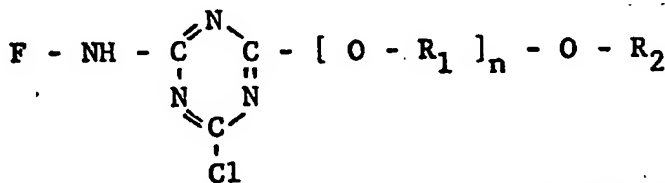
Dieses neue Verfahren besteht darin, dass man den oder die Farbstoffe bzw. optischen Aufheller zusammen mit Harnstoff, Wasser und einem mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittel gegebenenfalls unter Zusatz eines Dispergiermittels unter Erhitzen (zweckmässigerweise auf ca. 70 bis 90° C) vermischt, Wasser azeotrop abdestilliert und aus der Emulsion die sich ausscheidenden Granulate abtrennt und trocknet.

Als Farbstoffe kommen vor allem wasserlösliche in Betracht, wie saure Farbstoffe, saure reaktive Farbstoffe und kationische Farbstoffe.

Saure Farbstoffe und saure reaktive Farbstoffe sind bekannterweise solche, deren saurer Charakter durch Metallkomplexbildung allein und/oder die Wasserlöslichkeit bewirkender Substituenten bedingt ist. Als derartige, die Wasserlöslichkeit bewirkende Substituenten kommen Carbonsäuregruppen, Phosphorsäuregruppen acylierte Sulfonsäureimidgruppen, wie Alkyl- oder Aryldisulfimid- bzw. Alkyl- oder Arylcarbonylsulfimidgruppen und vor allem Sulfonsäuregruppen in Betracht. Besonders gute Ergebnisse werden im allgemeinen mit Farbstoffen erzielt, welche mindestens eine Sulfonsäuregruppe aufweisen.

Diese Farbstoffe können den verschiedensten Farbstoffklassen angehören, z. B. kommen Oxazin-, Triphenylmethan-, Xanthen-, Nitro-, Acridon-, Stilben-, Perinon-, Naphthochinonimin- und Phthalocyaninfarbstoffe, vor allem jedoch Antrachinon- und Azofarbstoffe in Betracht. Die letzteren können metallfreie, metallisierbare oder metallhaltige Mono-, Dis- und Polyazofarbstoffe sein, worin das Metallatom einen 1:1- oder 1:2-Komplex, insbesondere einen 1:2-Chrom- oder 1:2-Kobaltkomplex bildet, die zwei gleiche oder zwei verschiedene Moleküle Azofarbstoffkomplex an ein Chrom- oder

Diese Farbstoffe können im Molekül faserreaktive Gruppierungen



entsprechen, worin

F den Rest eines wasserlöslichen Farbstoffes,

R₁ einen Alkylen- und

R₂ einen Alkylrest bedeuten und

n 0 oder 1 ist.

aufweisen, wobei diese direkt oder über Brückenglieder, wie Sauerstoff, Schwefel, eine Imino-, Methylenimino-, Carbonylimino-, Sulfonylimino- oder Harnstoffbrücke an das chromophore Gerüst des Farbstoffes, vorzugsweise an einen aromatischen Ring, gebunden sind.

Als Beispiele für solche faserreaktiven Gruppierungen seien genannt: der Rest einer mindestens ein reaktionsfähiges Halogenatom und/oder eine additionsfähige Mehrfachbindung aufweisenden Säure, z. B. der Chlor- oder Bromessigsäure, β -Chlor- und β -Brompropionsäure, α, β -Dibrompropionsäure, Tetrahalogenbutan-1-carbonsäure, wie 2-Chlor-2-fluor-3,3-difluor- oder 2,2,3,3-Tetrafluor-cyclobutan-1-carbonsäure, Propionsäure, Acrylsäure, Methacrylsäure, α -Chlor-, β -Chlor-, α -Brom- und β -Bromacrylsäure, α, β - und β, β -Dichlor- oder -Dibromacrylsäure, Trichlor- oder Tribromacrylsäure, 2-(2,2,3,3-Tetrafluorocyclobutyl-1)-acrylsäure, Crotonsäure, α - oder β -Chlor- oder -Bromcrotonsäure, α, β -Dichlorcrotonsäure, Maleinsäure, Monochlor- und Monobrommaleinsäure, Dichlor- und Dibrommaleinsäure, Fumarsäure, Monochlor- und Monobromfumarsäure, Dichlor- und Dibromfumarsäure, Fumarsäuremonoester, Dichlor- und Dibrombernsteinsäure, Vinylsulfonsäure, β -Chlorvinylsulfonsäure oder einer Nitrohalogenbenzoesäure oder Nitrohalogenbenzolsulfonsäure mit reaktionsfähigem Halogenatom, insbesondere mit Fluor oder Chlor in o- oder p-Stellung zur Nitrogruppe, wie der Rest der 3-Nitro-4-fluor-benzoesäure bzw. 3-Nitro-4-fluorbenzolsulfonsäure; ferner 3-Methylsulfonyl-4-fluorbenzoesäure bzw. 2-Methylsulfonyl-5-fluor-4-benzoesäure, sowie mit starken Säuren veresterte β -Hydroxalkylsulfonyl-, -sulfamoyl-, -sulfonamido- oder -carbonamidogruppen, wie die β -Halogenäthylsulfonyl-, β -Sulfatoäthylsulfonyl-, β -Sulfatoäthylsulfamoyl-, β -Sulfatoäthyl-N-methylsulfonamido- oder β -Sulfatopropionamidogruppe, die β -Alkyl- oder β -Phenylsulfonyl-alkylsulfonyl-, -sulfonamido- oder -carbonamidogruppe, z. B. die β -Phenylsulfonylpropionamidogruppe. Ferner kommen in Betracht: der Rest eines aromatischen Stickstoffheterocyclus mit vorteilhaft mehr als einem Ringheteroatom, der mindestens ein reaktionsfähiges Halogenatom, wie Fluor, Chlor oder Brom, oder eine Ammoniumgruppe oder Sulfonsäure- oder Alkylsulfonylgruppe an einem Ringkohlenstoff aufweist. Als Beispiele für derartige Reaktivgruppen seien genannt: der Triazinylrest mit mindestens einem reaktionsfähigen Halogenatom, z. B. der Rest von Cyanurchlorid, Cyanurbromid bzw. deren primäre Kondensationsprodukte, bei denen ein Halogenatom ersetzt ist durch den gegebenenfalls weitersubstituierten Rest eines primären oder sekundären aliphatischen, alicyclischen, aromatischen oder heterocyclischen Amins, insbesondere durch Anilin oder dessen Alkyl- und Sulfonsäure- oder Carbonsäurederivate, durch niedere Mono- und Dialkylamine, sowie durch Ammoniak, oder durch den Rest einer aliphatischen, alicyclischen, aromatischen oder heterocyclischen Hydroxy- oder Thiolverbindung. Von Interesse sind in diesem Zusammenhang auch Monochlortriazine, an welche der Rest eines Alkohols und vorteilhaft eines verätherten Dialkohols gebunden ist, und welche der allgemeinen Formel

Die Reste R₁ und R₂ können geradkettig oder verzweigt sein.

Ferner sei genannt, der Diazinylrest, wie der Di- oder Trihalogenpyrimidylrest, z. B. der 2,4-Di- oder insbesondere 2,4,5-Trichlor-, -brom-, -fluor-, 5-Brom- oder 5-Chlor-2,4-

difluor- oder 5-Brom-2,4-Dichlorpyrimidyl-6-rest. Der Dihalogenpyrimidylrest kann in 5-Stellung beispielsweise auch folgende Substituenten tragen: Methyl, Aethyl, Nitro, Cyan, gegebenenfalls am Stickstoffatom substituiertes Carbonsäure- oder Sulfonsäureamid, Carbonsäuremethyl- oder -äthylester, Acyl, z. B. Benzoyl, Alkenyl, z. B. Allyl, Chlorvinyl, substituiertes Alkyl, z. B. Carboxymethyl, Chlor- oder Brommethyl.

Weitere in Frage kommende Stickstoffheterocyclen sind z. B. der Rest einer Dihalogenpyrimidincarbonsäure, der 2,3-Dihalogenchinoxalincarbonsäure oder -sulfonsäure, der 2-Halogen- oder 2-Methylsulfonyl-benzothiazol- bzw. -oxazolcarbonsäure oder -sulfonsäure, der 1,4-Dihalogenphthalazincarbonsäure, der 2,4-Dihalogenchinazolincarbonsäure oder der 4,5-Dihalogen-6-pyridazon-1-yl-alkylen- oder -phenylencarbonsäure, wie die Säurereste der 2,4-Difluor- oder 2,4-Dichlorpyrimidin-5- oder -6-carbonsäure, 2,4-Dichlor-6-chlormethylpyrimidin-5-carbonsäure, 2,3-Difluor- oder 2,3-Dichlorchinoxalin-6-carbonsäure bzw. -6-sulfonsäure, 2-Chlorbenzothiazol- bzw. -oxazol-5- oder -6-carbonsäure bzw. -5- oder -6-sulfonsäure, 1,4-Difluor-, 1,4-Dichlor- oder 1,4-Dibromphthalazin-6-carbonsäure bzw. -6-sulfonsäure, 2,4-Dichlor-chinoxalin-6- oder -7-carbonsäure, 2,3-Dichlor-chinoxalin-7-carbonsäure bzw. -7-sulfonsäure, 4,5-Dichlor-6-pyridazon-1-yl-trimethylencarbonsäure bzw. -1',4'-phenylencarbonsäure.

Desweiteren kommen in Frage die Reste, Trichlorpyridazinyl, Dichlor-1,2,4-triazinyl, 3-Chlor-pyridazin-6-carbonsäure, 5-Chlor-1,2,4-thiadiazol-3-yl-1',4'-phenylencarbonsäure, Allylsulfon und Allylsulfid. Ferner sind auch reaktive «Oniumfarbstoffe» zu erwähnen, welche z. B. anstelle eines reaktiven Halogenatoms oder einer Estergruppe einen reaktiven Ammonium-, Chinuclidinium-, Pyridinium-, Hydrazinium- oder Sulfoniumrest tragen.

Als kationische Farbstoffe können die gebräuchlichen Salze oder Metallhalogenid-, beispielsweise Zinkchlorid-Doppelsalze der bekannten kationischen Farbstoffe verwendet werden. Bei den kationischen Farbstoffen handelt es sich dabei um chromophore Systeme, welche ein farbiges Kation und ein farbloses Anion besitzen. Beispiele für solche chromophoren Systeme sind: Methin-, Azomethin- bzw. Azofarbstoffe, die den Indolinium-, Pyrazolium-, Imidazolium-, Thiazolium-, Tetrazolium-, Oxdiazolium-, Thiodiazolium-, Oxazolium-, Diazolium-, Pyridinium-, Pyrimidinium- oder Pyrazinium-Ring enthalten. Die genannten Heterocyclen können gegebenenfalls substituiert sein und/oder mit aromatischen Ringen kondensiert sein. Ferner kommen auch kationische Farbstoffe der Diphenylmethan-, Triphenylmethan-, Oxazin- und Thiazinreihe in Frage, sowie schliesslich auch Farbsalze der Arylazo- und Anthrachinonreihe mit externen Ammoniumgruppen.

Diese Farbstoffe können sowohl als trockene Pulver oder als feuchter Farbstoffpresskuchen im neuen Verfahren verwendet werden. Vorteilhafterweise sollen sie als möglichst fein gemahlene trockene Pulver vorliegen.

Als optische Aufheller können solche beliebige Aufhellerklassen in Fragen kommen. Es handelt sich z. B. um wasserlösliche Salze von kationischen optischen Aufhellern aus der Methin-, Azamethin-, Benzimidazol-, Cumarin-, Naphthalimid- oder Pyrazolreihe, oder um anionische optische Aufheller, wie z. B. um Stilbenverbindungen, Cumarine, Benzocumarine, Pyrazine, Pyrazoline, Oxazine, Dibenzoxazolyl- oder Dibenzimidazolyl- und Distyrylbiphenyl-Verbindungen.

Alle diese Farbstoffe bzw. optischen Aufheller sind bekannt und können nach bekannten Methoden hergestellt werden.

Als mit Wasser nicht mischbare organische Lösungsmittel kommen z. B. in Betracht: Alkohole, wie Cyclohexanol, Benzylalkohol; Ester, wie Äthylacetat, Propylacetat und Butylacetat; Äther, wie Diisopropyläther oder Diphenyloxyd; Ketone, wie Methyläthylketon, Acetophenon oder Cyclohexanon; Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Chlorbenzol, Xylol oder

Toluol und insbesondere halogenierte vor allem chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform, Methylenchlorid, Trichloräthan, Tetrachloräthan oder Dibromäthylen und vorzugsweise Trichloräthylen oder Tetrachloräthylen.

Gegebenenfalls können im erfindungsgemässen Verfahren Dispergiermittel, wie anionische oder nichtionogene zugesetzt werden, insbesondere deshalb, um die Kaltwasserlöslichkeit der Granulate zu erhöhen.

Als nichtionogene Dispergiermittel seien vor allem Polyglykoläther, wie Alkylpolyglykoläther, Alkenylpolyglykoläther, Alkylphenylpolyglykoläther oder Alkylphenolpolyglykoläther, wie beispielsweise Octylphenolpolyglykoläther, genannt.

Die bevorzugte Klasse von Dispergiermitteln sind jedoch die anionaktiven, wie Fettsäuren, beispielsweise Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Oelsäure oder ihre Gemische, wie sie z. B. enthalten sind in Kokosölsäuren und Palmkernölsäuren; Naphthensäuren; Harzsäuren, wie Kolophonium; Gallensäuren; sodann die verschiedensten Sulfate, beispielsweise sulfatierte primäre aliphatische Alkohole mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen, wie Natrium-decyl-, -lauryl-, -myristyl- und -oleylsulfat oder sulfatierte sekundäre aliphatische Alkohole; ferner sulfatierte ungesättigte Fettsäuren, Fettsäureäther oder Fettsäureamide, sulfatierte Alkylenoxydaddukte, sulfatierte partielle veresterte mehrwertige Alkohole; und vor allem die Sulfonate, wie Alkylsulfonate, beispielsweise Laurylsulfonat, Cetylsulfonat, Stearylsulfonat, Petroleumsulfonat, Naphthensulfonate, Mersolate, Natriumdioctylsulfosuccinat und Oleylmethylaurid (Natriumsalz), Alkylarylsulfonate, wie Alkylbenzolsulfonate mit geradkettiger oder verzweigter Alkylkette mit etwa 7 bis 20 Kohlenstoffatomen, und Alkyl-naphthalinsulfonate, wie Nonylbenzolsulfonat, Dodecylbenzolsulfonat und Hexadecylbenzolsulfonat, sowie 1-Isopropyl-naphthalin-2-sulfonat, Di-isopropyl-naphthalinsulfonat, Di-n-butyl-naphthalinsulfonat, Diisobutyl-naphthalinsulfonat, Kondensationsprodukte aus Naphthalinsulfonsäuren und Formaldehyd, wie Dinaphthylmethandisulfonat, dann Ligninsulfonate, Sulfonate von Polycarbonsäureestern und -amiden und Kondensationsprodukte von Fettsäuren mit Aminoalkylsulfonaten oder auch Gemische solcher Dispergiermittel, wie z. B. ein Gemisch aus Dodecylbenzolsulfonat und Natriumdiaminosulfosuccinat.

Eine bevorzugte Ausführungsart des erfindungsgemässen Verfahrens besteht darin, dass man ca. 20–80 Teile des Farbstoffes bzw. optischen Aufhellers mit 20–80 Teilen Harnstoff, 20 bis 200 Teilen Wasser und mit mindestens 500 Teilen eines mit Wasser nicht mischbaren organischen Lösungsmittels, insbesondere Tetrachlorkohlenstoff, Trichloräthylen oder Tetrachloräthylen, und gegebenenfalls mit einem Dispergator versetzt und diesen Ansatz unter Rühren auf ca. 70 bis 90° C aufheizt, wobei sich der Harnstoff und Farbstoff bzw. optische Aufheller in der wässrigen Phase lösen. Man erwärmt weiter bis das Gemisch zu destillieren beginnt, wobei das Wasser azeotrop abdestilliert, welches in einem Wasserabscheider abgetrennt wird.

Während der Wasserabdestillation kann es dabei vorkommen, dass ein Gemisch aus Harnstoff und Farbstoff als nadel-förmige Kristalle ausfällt; dieses kann nach beendeter Entfernung des Wassers durch Erhöhung der Temperatur wieder geschmolzen werden. Zu den beiden entstehenden Flüssigkeitsphasen wird nun vorteilhafterweise noch ein Emulgator, insbesondere 2 bis 3 ml Bernsteinsäureester, zugegeben, welcher die Funktion haben soll, die Farbstoff/Harnstoff-Lösung im organischen Lösungsmittel zu emulgieren. Die Rührgeschwindigkeit wird so eingestellt, dass sich eine Emulsion bildet, wobei durch langsames Abkühlen unter kräftigem Rühren die emulgierten Tröpfchen der Schmelze zum Erstarren gebracht werden. Bei Raumtemperatur wird abgenutscht. Man

erhält kugelförmige Granulate, die im Vakuum bei Raumtemperatur getrocknet werden.

Durch Variieren der Rührgeschwindigkeit beim Abkühlen können dabei grosse oder kleine Granulate erhalten werden. Das organische, mit Wasser nicht mischbare Lösungsmittel kann regeneriert und wieder eingesetzt werden.

Man erhält nach diesem Verfahren Granulate von mindestens 1 mm Grösse, welche die verschiedensten Formen, wie beispielsweise kugelförmig, linsenförmig, länglich oder stäbchenförmig aufweisen können. Diese Granulate weisen die Eigenschaft aus, dass sie gut kaltwasserlöslich, mit Wasser gut benetzbar und formstabil sind.

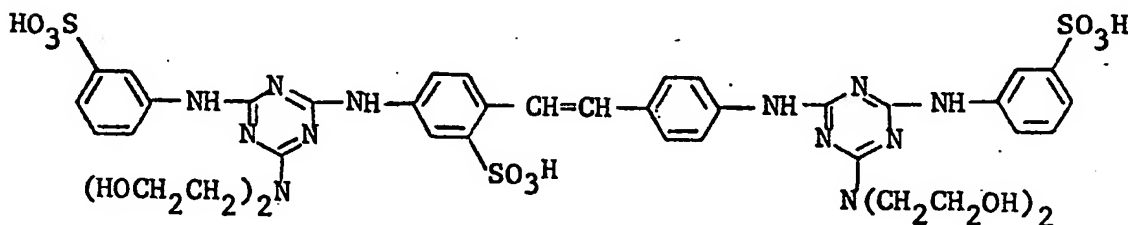
Besonders wertvolle Farbstoffgranulate enthalten, bezogen auf das Gesamtgewicht des Granulates, 20 bis 60 Gewichtsprozent des Farbstoffes bzw. optischen Aufhellers, 40 bis 80 Gewichtsprozent Harnstoff und gegebenenfalls ca. 1 Gewichtsprozent Dispergiermittel.

Die erfindungsgemässen Farbstoffgranulate eignen sich zur Herstellung von wässrigen oder organischen Färbeflotten und Druckpasten.

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung ohne sie darauf zu beschränken. Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben.

Beispiel 1

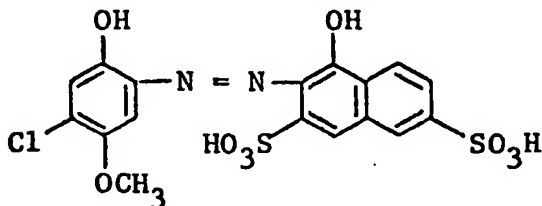
30 g des trockenen Farbstoffes der Formel



bei im übrigen gleicher Arbeitsweise, so erhält man ebenso gute Granulate.

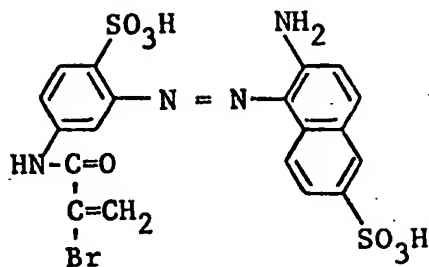
Beispiel 2

37 g des trockenen Farbstoffes der Formel



Chromkomplex

23 g Harnstoff, 30 ml Wasser und 500 ml Tetrachloräthylen werden in einem 750 ml Sulfierkolben vorgelegt. Unter Rühren wird das Gemisch aufgeheizt. Bei 90° löst sich der Harnstoff und Farbstoff in der wässrigen Phase. Bei 95° beginnt das Wasser azeotrop zu destillieren. Das Wasser wird mittels eines Wasserabscheiders abgetrennt. Nach beendeter Destillation wird die Temperatur auf 115° erhöht. Der Rührer wird auf 800 U/Min. eingestellt. Nun wird 1 g Bernsteinsäureester als



41 g Harnstoff, 70 ml Wasser und 500 ml Trichloräthylen werden in einem 750 ml Sulfierkolben vorgelegt. Unter Rühren wird das Gemisch aufgeheizt. Bei 75° löst sich der Farbstoff und der Harnstoff in der wässrigen Phase. Bei 80° wird das azeotrope Gemisch Wasser-Trichloräthylen abdestilliert. Nach der Kondensation trennt man das Wasser vom Trichloräthylen in einem Wasserabscheider ab. Das Trichloräthylen wird in den Ansatzkolben zurückgeführt.

Nach beendeter Wasserabdestillation erhöht die Temperatur auf 87°. Nun wird 1 ml eines Bernsteinsäureesters als Emulgator zugegeben. Der Rührer wird auf ca. 600 U/Min. eingestellt. Das Heizbad wird entfernt und den Ansatz lässt man langsam unter Rühren auf Raumtemperatur abkühlen. Dabei bilden sich kugelförmige Granulate mit sehr gutem Löslichkeitsverhalten von ca. 3 mm Durchmesser. Diese werden abgenutscht und im Vakuum bei Raumtemperatur getrocknet.

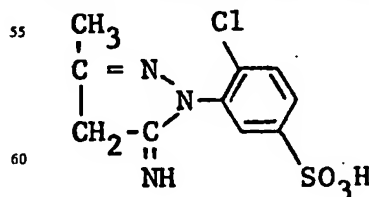
Das Trichloräthylen kann im nächsten Ansatz ungereinigt wieder eingesetzt werden.

Verwendet man anstelle des Farbstoffes obiger Formel gleiche Mengen des optischen Aufhellers der Formel

Emulgator zugegeben. Langsam lässt man unter kräftigem Rühren auf Raumtemperatur abkühlen. Es scheidet sich kugelförmige Farbstoffgranulate von ca. 1 mm Durchmesser ab, welche abgenutscht und im Vakuum bei Raumtemperatur getrocknet werden; diese weisen ein sehr gutes Löslichkeitsverhalten auf.

Beispiel 3

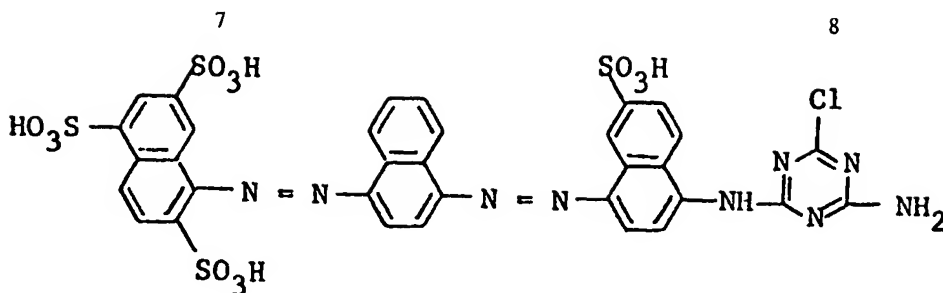
Verfährt man wie im Beispiel 1 angegeben, verwendet jedoch als Ansatz 30 g des Farbstoffes der Formel



30 g Harnstoff, 30 ml Wasser und 500 ml Trichloräthylen, so erhält man ähnlich gute Farbstoffgranulate.

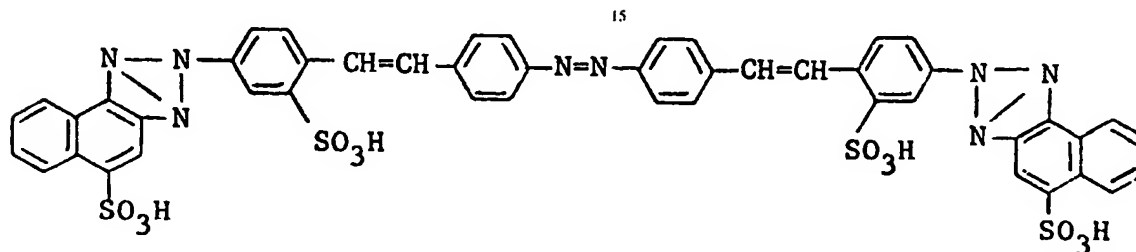
Beispiel 4

Verfährt man wie in Beispiel 2 angegeben, verwendet jedoch als Ansatz 10 g des Farbstoffes der Formel



40 g Harnstoff, 30 ml Wasser und 500 ml Tetrachloräthylen, so erhält man ähnlich gute Farbstoffgranulate.

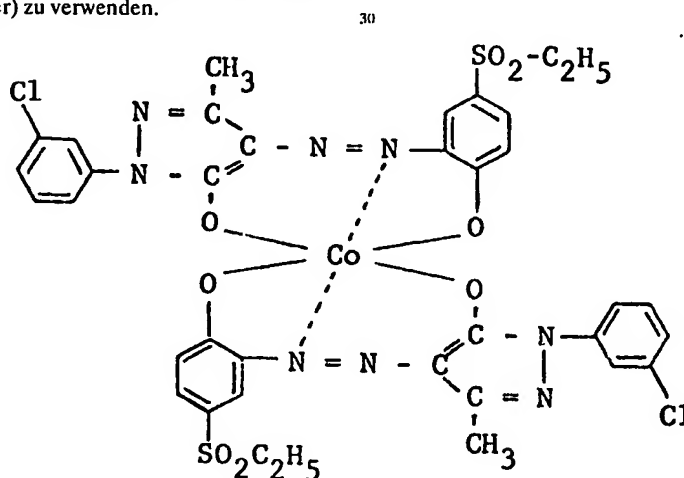
Beispiel 5
Verfährt man wie in Beispiel 2 angegeben, verwendet jedoch als Ansatz 10 g des Farbstoffes der Formel



40 g Harnstoff, 30 ml Wasser und 500 ml Tetrachloräthylen, so erhält man ähnlich gute Farbstoffgranulate.

Es ist auch möglich, anstelle der 10 g des trockenen Farbstoffes 10 g eines feuchten Farbstoffpresskuchens (25% Farbstoff und 75% Wasser) zu verwenden.

Beispiel 6
9 g des trockenen Farbstoffes der Formel



39 g Harnstoff, 1 g Dodecylbenzolsulfonat, 1 g Natriumdiaminosulfosuccinat, 15 ml Wasser und 500 ml Tetrachloräthylen werden unter Rühren auf 90° aufgeheizt, wobei sich der Harnstoff, Farbstoff und die beiden Dispergatoren in der wässrigen Phase lösen.

Anschließend wird das Wasser azeotrop abdestilliert und der Kolbeninhalt unter Rühren auf Raumtemperatur abgekühlt (800 U/Min.).

Es scheiden sich Farbstoffgranulate aus, welche abgenutscht und im Vakuum getrocknet werden.

PATENTANSPRUCH I

Verfahren zur Herstellung von Granulaten von Farbstoffen oder optischen Aufhellern mit einer Grösse von mindestens 1 mm, dadurch gekennzeichnet, dass man den oder die Farbstoffe bzw. optischen Aufheller zusammen mit Harnstoff, Wasser und einem mit Wasser nicht mischbaren organischen

Lösungsmittel unter Erhitzen vermischt, Wasser azeotrop abdestilliert und aus der Emulsion die sich abscheidenden Granulate abtrennt und trocknet.

UNTERANSPRÜCHE

1. Verfahren gemäss Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, dass man dem Granulierprozess ein Dispergiermittel zusetzt.

2. Verfahren gemäss Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, dass man die Emulsion unter kräftigem Rühren auf Raumtemperatur abkühlt.

3. Verfahren gemäss Patentanspruch I und Unteransprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass man als mit Wasser nicht mischbare organische Lösungsmittel chlorierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, insbesondere Trichloräthylen oder Tetrachloräthylen, verwendet.

PATENTANSPRUCH II

Anwendung des Verfahrens gemäss Patentanspruch I auf wasserlösliche Farbstoffe bzw. optische Aufheller.

UNTERANSPRUCH

4. Anwendung gemäss Patentanspruch II auf saure Farbstoffe, basische Farbstoffe oder saure reaktive Farbstoffe.

PATENTANSPRUCH III

5 Die gemäss dem Verfahren des Patentanspruchs I hergestellten Granulate.